

UNIVERSIDAD DISTRITAL  
FRANCISCO JOSÉ DE CALDAS

## Desarrollo y ensayo de un sensor químico de fibra óptica para la medición de concentraciones de dióxido de carbono

### Development and testing of a chemical sensor of micro-structured optic fiber for measuring carbon dioxide concentrations

María Angélica Acosta Pérez<sup>1</sup>, Sir Alexci Suárez Castrillón<sup>2</sup>, Albert Miyer Suárez Castrillón<sup>3</sup>

**Fecha de recepción:** 17 de febrero de 2016

**Fecha de aceptación:** 10 de septiembre de 2016

**Cómo citar:** Acosta P., M.A.; Suárez C., S.A. y Suárez C., A.M. (2016). Desarrollo y ensayo de un sensor químico de fibra óptica para la medición de concentraciones de dióxido de carbono. *Revista Tecnura*, 20(50), 29-42. doi: 10.14483/udistrital.jour.tecnura.2016.4.a02

#### RESUMEN

**Objetivos:** Desarrollar un sensor de fibra óptica para la medición de CO<sub>2</sub>, medir las variaciones del índice de refracción de un medio rico en CO<sub>2</sub> a través de cambios de presión y de temperatura controlados, y comparar el comportamiento del índice de refracción experimental con respecto al índice de refracción teórico calculado.

**Materiales y métodos:** Se utilizó fibra microestructurada con núcleo hueco con recubrimiento sólido de sílice, con diámetros internos de 48 y 56 micrómetros, y se seleccionó dimetilformamida (DMF) como líquido conductor de luz, para la fabricación del sensor. El llenado de la fibra se hizo por presión; se realizaron los procesos de emenda por fusión, emenda por pegante de alta temperatura y emenda mecánica, para la conectorización de la fibra. Durante el proceso de variación de temperatura y presión de la cámara de CO<sub>2</sub>, el índice de refracción se midió mediante un refractómetro.

**Resultados:** Se obtuvieron los perfiles de índice de refracción con respecto a la temperatura en los ciclos de enfriamiento y calentamiento, y los registros

puntuales de los 5 puntos termodinámicos evaluados; se obtuvo el cálculo del índice para dichos cinco puntos y se calculó el porcentaje de error del índice experimental. El porcentaje de error está dentro del rango de 0,016% a 0,03%.

**Conclusiones:** Fue posible medir la transmisión de luz blanca a través de un fluido en diferentes fases, y se registro un cambio significativo en el índice de refracción en cada cambio de fase mediante el sensor fabricado.

**Palabras Clave:** Dimetilformamida (DMF), ecuación de Fresnel, fibra óptica microestructurada (MOFs), índice de refracción, sensor químico, luz blanca, transmitancia y absorbancia.

#### ABSTRACT

**Objectives:** The present study focused on the development of a optic fiber sensor for carbon dioxide (CO<sub>2</sub>), the measuring of variations of the refractive index of a CO<sub>2</sub> medium undergoing controlled changes of temperature and pressure, and comparing this experimental refractive index with a calculated theoretical refractive index.

- 1 Ingeniera mecánica, magíster en Ingeniería Mecánica. Docente ocasional de la Universidad Francisco de Paula Santander Ocaña, Norte de Santander. Colombia. Contacto: [maacostap@ufpso.edu.co](mailto:maacostap@ufpso.edu.co)
- 2 Ingeniero de sistemas, doctor en Ingenierías. Universidad Francisco de Paula Santander Ocaña, Norte de Santander. Colombia. Contacto: [sasuarzc@ufpso.edu.co](mailto:sasuarezc@ufpso.edu.co)
- 3 Ingeniero mecánico, magíster en Ingeniería Mecánica, doctor en Ingeniería. Docente de la Universidad de Pamplona, Ciudad Universitaria, Pamplona, Norte de Santander. Colombia. Contacto: [albertmiyer@unipamplona.edu.co](mailto:albertmiyer@unipamplona.edu.co)

**Materials and methods:** For the making of the optical sensor, we used samples of 48 to 56 micrometers inner diameter micro-structured optic fiber with a solid silica covered hollow center; and we selected dimethylformamide as the light conductor fluid. The fiber was filled with pressure; the connectorization of the fiber was made with the fusion, the high-temperature adhesive, and the mechanical processes. We use a refractometer for measuring the refractive index during the temperature and pressure change processes in the CO<sub>2</sub> chamber.

**Results:** Profiles of the refractive index vs. temperature in cooling and heating cycles were obtained, as well as the punctual measures of the refractive index in five

fixed thermodynamic points tested; the calculation for the theoretical refractive index for these points was obtained, and was compared with the experimental ones. The percentage of error of the experimental refractive index was estimated between 0.016% and 0.03%.

**Conclusions:** We achieved the measuring of transmission of white light through a fluid in different phases, and we registered significant changes in the refractive index in each phase change using the fabricated optical sensor.

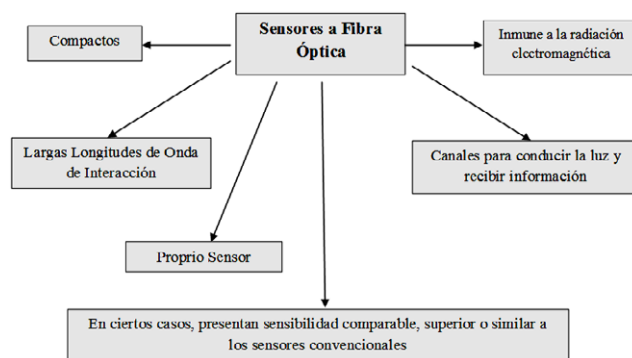
**Keywords:** Chemical sensor, dimethylformamide (DMF), Fresnel equations, microstructured optical fiber (MOFs), refractive index, transmittance and absorbance, white light.

## INTRODUCCIÓN

Un sensor químico es un dispositivo que puede ser usado para medir la concentración o la actividad de una especie química de una muestra de interés. Es capaz de funcionar de una manera continua y reversible directamente en la matriz de la muestra. Entre los sensores químicos existentes, aquellos basados en propiedades electroquímicas son los más conocidos (Moura dos Santos, 2007). La finalidad del sensor químico ideal es suministrar las distribuciones espaciales y temporales de una especie molecular o iónica particular en tiempo real (Mizaikoff, Taga y Kellner, 1995). En la actualidad, los sensores químicos de fibra óptica han marcado la instrumentación de nuevas tecnologías para detectar parámetros en varios procesos industriales, diagnósticos médicos y controles del medio ambiente. Las fibras ópticas son prometedoras debido a su tamaño pequeño y su bajo costo, además de ofrecer considerables ventajas comparadas con los sensores tradicionales. Para construir un sensor a fibra óptica, además de la propia fibra óptica, se requiere de varios equipos como una fuente de luz, un componente óptico de concentración, un mecanismo de modulación sensible, un fotodetector, etc. Hay tres parámetros críticos para la utilización del sensor: la sensibilidad,

la escala dinámica y la precisión analítica (Wen, Jaffrezic, Jean y Lacroix, 2001). El funcionamiento del sensor es basado en parámetros dominantes del proceso de modificación del recubrimiento y de la propagación de la luz dentro de la fibra.

Los sensores químicos a fibra óptica son formados básicamente por un reactivo inmovilizado junto a la fibra óptica, al interactuar con el analito, el reactivo modifica sus propiedades ópticas y estas modificaciones son transmitidas por el núcleo de la fibra. La figura 1 muestra un resumen de las principales características de los sensores a fibra óptica convencional (Monro *et al.*, 2001).



**Figura 1.** Resumen de las principales características de sensores a fibra óptica convencional

**Fuente:** Monro *et al.* (2001).

Los sensores químicos presentan ventajas y limitaciones en comparación con otro tipo de sensores, entre las cuales están: la inmunidad a la interferencia eléctrica y electromagnética, dispensa de señal de referencia, presenta facilidad para miniaturización y resistencia a la corrosión, y posibilita varias determinaciones simultáneamente. Aunque la luz ambiente pueda interferir en la respuesta, la vida útil del sensor puede ser pequeña, el tiempo de respuesta puede ser largo, y para ciertos sensores presentan linealidad limitada (Holloway *et al.*, 2007).

Los sensores de fibra óptica pueden ser clasificados en dos grandes grupos: los extrínsecos, en los que la fibra óptica desempeña un papel pasivo, apenas conduciendo la radiación de la fuente hasta la fase sensora y de esta hasta el detector; las propiedades ópticas de la fase sensora son alteradas con la interacción del analito pudiendo ser monitoreadas por medio de la transmitancia, reflectancia o fluorescencia, en las aplicaciones más usuales (Sepaniak *et al.*, 1990). En los sensores intrínsecos, la fibra óptica es parte fundamental del sistema de medición, pues afecta directamente la calidad de la luz, debido a que se encuentra en contacto directo con la muestra; la configuración más usada es una parte de fibra óptica revestida sustituida por un reactivo inmovilizado, con un índice de refracción semejante, de forma que las propiedades de transmisión de la fibra no sean significativamente alteradas. Las variaciones del índice de refracción en la muestra provienen de las alteraciones en la densidad del material ocasionando pérdida

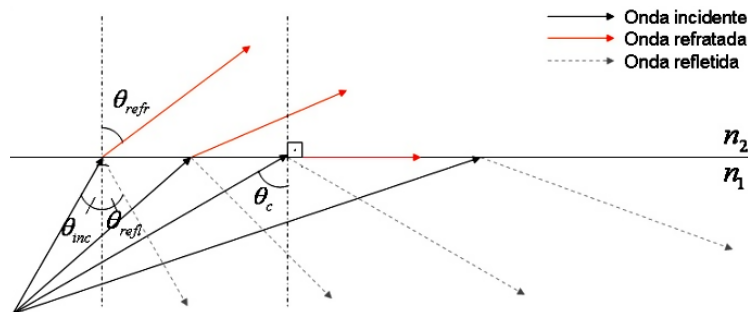
de confinamiento modal (o aumento, caso que el índice del material disminuya), resultando en una disminución (o aumento) de la intensidad del campo detectado por el fotodetector; tales variaciones de intensidad son relacionadas a las variables a ser medidas (Sepaniak *et al.*, 1990).

La luz cuando se quiere guiar a través de la fibra óptica se hace por reflexión interna total donde la luz es emitida por una fuente y propagado en un medio de índice de refracción  $n_1$ , encontrando otro medio con índice de refracción  $n_2$ , pudiendo sufrir una refracción, una reflexión o ambas. La ecuación (1) es descrita por la ley de Snell (Yuan y El-Sherif, 2003):

$$n_1 \sin \theta_{inc} = n_2 \sin \theta_{refl} \quad (1)$$

Donde  $\theta_{inc}$  y  $\theta_{refl}$  son ángulos de incidencia y de refracción, respectivamente, tomados a partir de la normal de la interfase mostrada en la figura 2, observándose que la reflexión ocurre cuando la luz no tiene ninguna variación en el medio de propagación ( $n_1 = n_2$ ). Se tiene que para esto el ángulo de incidencia como el ángulo de reflexión deben ser los mismos ( $\theta_{inc} = \theta_{refl}$ ).

Existe, también, un ángulo conocido como ángulo crítico  $\theta_c$ , a partir del cual la refracción deja de ocurrir. La figura 2 muestra el esquema de propagación de la luz en la interfase de dos medios de índice de refracción diferentes, en el que se observa el comportamiento del eje de luz al encontrarse con sus respectivos ángulos para identificar



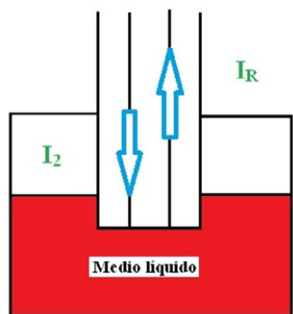
**Figura 2.** Esquema de reflexión interna total

**Fuente:** Monro *et al.* (2001).

los fenómenos de reflexión, refracción o ambos (Kwang, Kyu, Hwangbo y Kyung, 2006).

## PRINCIPIO FÍSICO: REFLEXIÓN Y REFRACCIÓN DE LA LUZ

Cuando una sustancia cambia de fase, hay un cambio en el índice de refracción que posibilita saber el cambio de fase medido con la variación de su índice de refracción. El principio de Fresnel describe el fenómeno de reflectividad, donde el eje de luz es reflejado y refractado al pasar por una interfaz que separa dos medios con diferentes índices de reflexión (vidrio/aire, vidrio/agua). Con este fenómeno se puede calcular el índice de un medio si el índice de refracción de otro medio, las intensidades emitidas y reflejadas del eje fueran conocidas, así, la técnica se vuelve simple, flexible y de fácil determinación del índice de cualquier sustancia (Suzuki, Takeuchi, Takenaka y Okada, 2010). La figura 3 ilustra cómo interactúa la fibra óptica con un medio líquido, donde la interfaz es fibra-sustancia  $I_2$  es la intensidad incidente e  $I_R$  es la intensidad reflejada.



**Figura 3.** Fibra óptica interactuando con un medio

**Fuente:** elaboración propia.

Este fenómeno se puede expresar por la razón entre las intensidades reflejada e incidente. También se conoce con el nombre de reflectancia (ecuación 2),

$$R = \frac{(n_s - n_f)^2}{(n_s + n_f)^2} \quad (2)$$

Donde,  $n_f$  es el índice de refracción de la fibra y  $n_s$  se conoce como el índice de refracción de la sustancia (Suzuki, Takeuchi, Takano, Ohigashi y Takenaka, 2001). Esta ecuación se fundamenta en la ley de Snell para una longitud de onda dada.

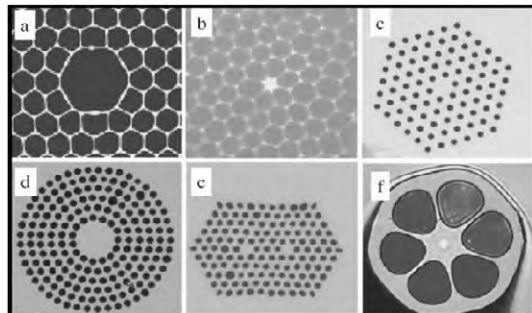
## SENSORIAMENTO ÓPTICO

Existen diferentes técnicas de sensoriamiento utilizadas en la fabricación de sensores de fibra óptica, entre las cuales se encuentran las redes de Bragg (RBF); estas son elementos intrínsecos sensibles que pueden ser escritos por la luz ultravioleta en una fibra de sílice, y tiene todas las ventajas normalmente atribuidas a los sensores de fibra óptica (Monro *et al.*, 2001). Además se encuentran los sistemas de monitoreo distribuidos que consisten en longitud continua de fibra óptica que es el medio a través del cual las medidas serán realizadas, entre los más usados están: el OTDR (*optical time domain reflectometer*), el efecto Raman, y el efecto Brillouin (Quirino, Toledo y Lisboa, 2011).

Las fibras ópticas microestructuradas (MOF – *microstructured optical fibers*) o fibras ópticas de cristal fotónico (PCF – *photonic crystal fiber*) son todas aquellas fibras de sílice que presentan un arreglo regular de agujeros de aire en el revestimiento o en la región del núcleo, y se extienden en la dirección axial de la fibra (Monro, Richardson y Bennett, 1999). Estas fibras se presentan en diversas formas, tamaños y distribuciones, diferentes de los agujeros, donde la luz es guiada por reflexión interna total (Knight, 2003).

Este nuevo tipo de fibra óptica trae consigo muchas novedades y avances en la tecnología de las fibras, como en la fabricación de la preforma, y en la misma presencia de los agujeros de aire en el recubrimiento o en el núcleo. Hay ejemplos específicos de estos avances que incluye el guiamiento monomodo o multimodo en un amplio intervalo de longitud de onda; bajas pérdidas por curvatura; grande área modal; alta linealidad; guiamiento en la región de bajo índice de refracción por el efecto de *bandgap* fotónico, y generación de dispositivos por inserción de

materiales dentro de las fibras (Fini y Bise, 2004). En la figura 4 se muestran diferentes ejemplos de fibra microestructurada para algunas aplicaciones.



**Figura 4.** Secciones transversales o faces de varios tipos de fibra óptica microestructurada. La parte blanca corresponde a la sílice y las regiones negras son los agujeros de aire. (a) Fibra óptica con núcleo hueco. (b) Fibra de núcleo sólido pequeño con alta fracción de aire. (c) Fibra microestructurada monomodo. (d) Fibra con modelo circular de agujeros. (e) Fibra con dos núcleos. (f) Fibra con grandes agujeros de aire

**Fuente:** Fini y Bise (2004).

Los sensores a fibra óptica microestructurada tienen la ventaja de inserción de material dentro de la misma, ya que poseen agujeros de aire en toda la longitud de la fibra, donde se puede obtener una mayor interacción del material con la luz guiada, permitiendo mayor sensibilidad de la luz con el fluido. Los agujeros en la cáscara del índice se pueden llenar con un líquido o un gas, y la especie es detectada por el campo evanescente que se propaga por los agujeros (Monro *et al.*, 2001). En cuanto a la inserción de fluidos (líquidos o gases) en la fibra para medir la naturaleza del fluido o para aumentar la sensibilidad de la fibra a un parámetro externo que se quiera medir, se pueden analizar tres situaciones:

- Fibra de núcleo sólido con fluido en la cáscara guiando por RIT (reflexión interna total), para detectar el fluido o aumentar la sensibilidad de la fibra a un parámetro externo.

- Fibra de núcleo hueco relleno con solo un núcleo, guiando por RIT, y la fibra con núcleo líquido se pueden usar para la detección en los estudios de óptica no lineal.
- Fibra con núcleo hueco con fluido en todos los agujeros (cáscara y núcleo) guiando por *band-gap* fotónico (Jin, 2009).

En la detección de gases y líquidos con una fibra óptica convencional, la luz tiene que interactuar con los espacios libres en la mayoría de la muestra; en este caso, la longitud de la interacción es generalmente limitada por el espacio y el volumen de la muestra. La técnica de detección exige la focalización del eje, esta longitud se acorta en  $\pm 1$  mm. A diferencia de las fibras MOF donde la muestra es colocada dentro de la fibra que interactúa de manera eficiente con la luz guiada. Debido a las dimensiones micrométricas de los agujeros, las MOF pueden detectar muestras de volumen-nanolitro en longitudes largas (Lemus, Estupiñán y Guillén, 2013). Por otra parte, la luz puede ser confinada a un área pequeña, por tanto puede alcanzar altas intensidades facilitando las técnicas ópticas de detección (Cordeiro, Matos, Dos Santos y Bozolan, 2007).

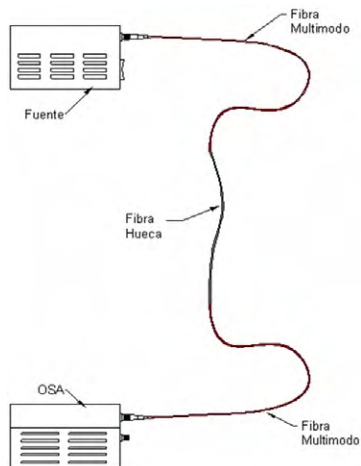
## METODOLOGÍA Y MÉTODOS

El desarrollo del sensor básicamente consiste en colocar un fluido (líquido o gas) en el interior de la MOF, para después ser unida a los cordones ópticos por donde se podrá transmitir la luz de una fuente para analizar su propagación en el fluido que se encuentre dentro de la MOF. Para tal motivo, es necesario tomar diferentes muestras de MOF tanto en el diámetro del núcleo, como en la longitud de la fibra. Después de seleccionadas las muestras, estas se llenan con el fluido a analizar, la inserción del fluido se hace por dos formas: capilaridad o presión. En la primera se usa la fuerza de capilaridad en tubos circulares, en la cual al sumergir un tubo capilar dentro de un líquido, este entra en contacto con las paredes del tubo y así se



llenará el tubo capilar. Esta forma es usada para llenar muestras pequeñas de fibra. Ya para el caso de llenado por presión, el cual es usado para líquidos y gases, es necesaria la presencia de una cámara de presión debidamente condicionada, esta debe permitir la salida de las fibras, y que pueda contener el fluido dentro de esta, donde una punta de la fibra se encuentra alojada. Para líquidos se aplica presión constante haciendo que el fluido llene todos los agujeros de la fibra, de esta forma se puede llenar cualquier longitud de fibra.

Una vez que las fibras se llenan con el fluido se procede a su conectorización, a partir de esto se realiza el montaje óptico el cual consta de una fuente de luz blanca, un analizador de espectro óptico (OSA), estas son unidas por cordones ópticos (*pig tail*). Con esto es posible observar la respuesta de la propagación de la luz guiada por la fibra. En la figura 5 se observa el esquema del montaje óptico.



**Figura 5.** Montaje óptico del sistema de medición

**Fuente:** elaboración propia.

### Preparación de las muestras de fibra

Se utilizó fibra microestructurada con núcleo hueco con recubrimiento sólido de sílice, con diámetros internos de 48 y 56 micrómetros. Las muestras son seleccionadas por el diámetro del núcleo de la MOF, con diferentes longitudes. La fibra es

descubierta en las puntas que consiste en retirar parte del recubrimiento externo del acrilato de la fibra, eliminando el residuo con alcohol isopropílico, y después clivar cada punta de forma que exista concordancia en la simetría en ellas, para que de esta forma se pueda entrar en contacto directo con el fluido utilizado para llenar la estructura de las fibras, antes de ser emendadas a los cordones multimodos. Las fibras se llenaron a presión, ya que el efecto capilar no garantiza que la introducción del fluido sea uniforme a lo largo de la muestra, causando problemas en la medición (figura 6).



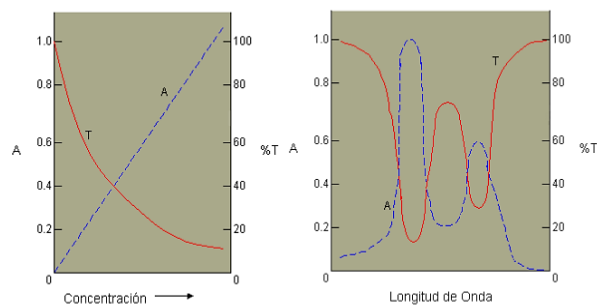
**Figura 6.** Proceso de llenado de la fibra de núcleo hueco

**Fuente:** elaboración propia.

### Determinación del fluido circulante en la fibra

El fluido seleccionado debe tener un índice de refracción mayor que el del recubrimiento de la fibra utilizada, adicionalmente es importante conocer la espectroscopia ultravioleta visible del fluido, utilizando luz en el rango visible, donde se puede determinar las longitudes de onda de mayor absorción o densidad óptica del fluido utilizado, ya que define la relación logarítmica entre la intensidad de la luz incidente sobre el fluido y su intensidad transmitida a través del fluido. Se hicieron varias pruebas para seleccionar el fluido; se usaron muestras químicas térmicamente activadas, entre ellas un conjunto de amidas como el dimetilformamida (DMF), acetileno, nitrógeno, etc.

Para el comienzo se hizo una simulación numérica del fenómeno físico presente, la reflexión de Fresnel, observándose el comportamiento que ayudó a obtener datos de referencia, como lo fue el porcentaje de reflectividad, importante en la curva de calibración del sensor y base para los ensayos de  $\text{CO}_2$  (figura 7). Esto con el fin de hacer el montaje del sistema de medición que consta del sistema óptico, electrónico y mecánico.



**Figura 7.** Reflectividad de la sustancia para la base del sensor de  $\text{CO}_2$

**Fuente:** elaboración propia.

## Conectorización de las muestras de Fibra

La conectorización óptica consiste en la unión de dos o más segmentos de fibra, pudiendo ser permanente o temporaria. Esta sirve para prolongar un cordón óptico, o para la conexión de un equipo activo al proceso. Se realizaron tres tipos de conectorización, para seleccionar la que mejor

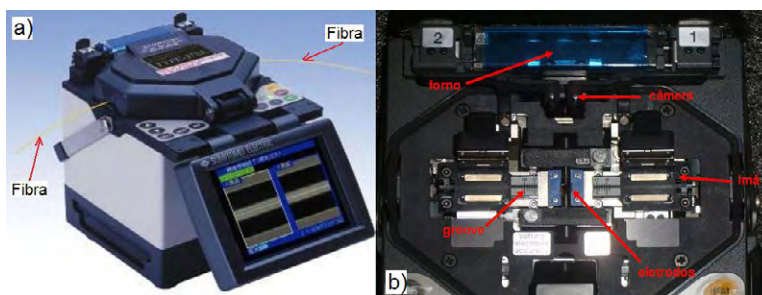
resultados presente, a esta también se le conoce con el nombre de *emenda óptica*. Los tres tipos se describen a continuación.

### Emenda por fusión

En este tipo la fibra es introducida en una máquina de fusión térmica (figura 8), debidamente limpia y clivada a un ángulo de  $90^\circ$ , alineando para someterla a un arco voltaico producido por la máquina, que eleva la temperatura en las puntas de la fibra, provocando derretimiento para soldar. El arco voltaico es obtenido a partir de una diferencia de potencial aplicada sobre dos electrodos de metal. Después, la fusión de la fibra es revestida por resinas que tienen la función de ofrecer resistencia mecánica en la emenda, protegiéndola contra quiebra o fractura.

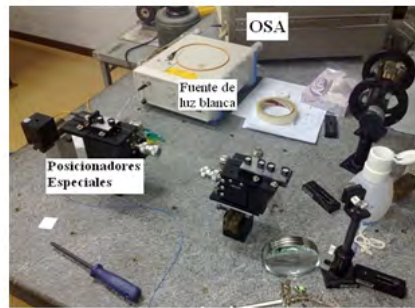
### Emenda con pegante de alta temperatura

Es necesario alinear los tres ejes (x,y,z) en los posicionadores especiales, haciendo que las puntas queden bien próximas una de la otra, antes de colocar el pegante instantáneo de cianoacrilato Loctite No. 22, el cual tiene una viscosidad elevada para mayor fijación en la fibra, retardando el secado por 24 horas. Durante este proceso es necesario inspeccionar el paso de la luz blanca ya que el pegante puede generar dislocamiento entre las fibras, debido al peso que este puede generar en estas; se realiza un montaje temporario entre la fuente de luz y la OSA. La figura 9 muestra el montaje para realizar una emenda con pegante, además del esquema para realizar una emenda con pegante.



**Figura 8.** Máquina de emenda por fusión; (b) mecanismos para la fusión

**Fuente:** elaboración propia.



**Figura 9.** Montaje para hacer emenda con pegante

**Fuente:** elaboración propia.

### Emenda mecánica

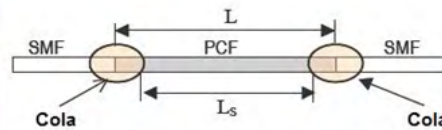
Se basa en el alineamiento a través de estructuras mecánicas. Son dispositivos dotados de trabas para que la fibra no se mueva en el interior de estos, además de contener geles entre las fibras, conocido como *gel cazador de refracción*, que disminuye las pérdidas de Fresnel (reflexión).

## RESULTADOS

Se prepararon varias muestras para analizar el comportamiento de cada una de ellas, para así obtener el rango de longitud de onda permisible para que el sensor detecte las cantidades de  $\text{CO}_2$  presentes en el medio.

Se desarrolló un código numérico donde se resaltó el uso de la ecuación de Snell (ecuación 2) con la que fue posible analizar la reflectancia de diferentes materiales, dejando como parámetro fijo el índice de refracción de la fibra óptica usada en el proceso, en este caso la fibra microestructurada tiene un índice de refracción de 1.462. Se hizo una variación de índices entre 1 y 1,7 en intervalos de 0,1. La tabla 1 muestra los datos numéricos obtenidos con el uso del programa.

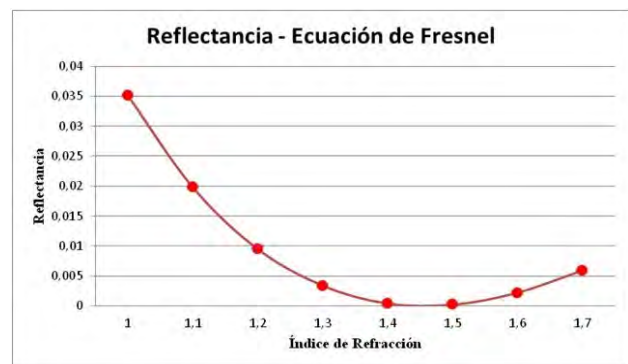
El comportamiento del índice de refracción se puede observar en la figura 10; la simulación fue realizada con el objetivo de observar y conferir un comportamiento aproximadamente cuadrático para valores próximos de cero, esperado por la teoría de la relatividad.



**Tabla 1.** Reflectancia para diferentes índices de refracción a través de las simulaciones numéricas

Índice de refracción	Reflectancia para ( $\theta = 0$ )
1	0,0351
1,1	0,0198
1,2	0,0095
1,3	0,0034
1,4	0,0004
1,5	0,0002
1,6	0,0022
1,7	0,0059

**Fuente:** elaboración propia.



**Figura 10.** Comportamiento de la reflectancia con el índice de refracción

**Fuente:** elaboración propia.

Después de los ensayos previos realizados, se seleccionó el dimetilformamida (DMF) como



líquido conductor de la luz para el desarrollo del sensor, este se trabajó a temperatura ambiente pasando por un cambio de fase de líquido a sólido; este paso de fase se hizo con hielo seco e hidrógeno, se tomaron los espectros de la transmitancia y absorbancia, que son los que determinan cómo es el paso de la luz blanca a través de la fibra óptica, en la figura 11 se muestra cómo la luz es transmitida por el líquido dentro de esta.

En la figura 12 se observa los espectros de transmitancia y absorbancia del dimetilformamida, que definen la cantidad de luz incidente y transmitida a través del líquido.

Los ensayos preliminares se adelantaron para analizar el comportamiento del sistema proyectado e implementado, y para observar el cambio de fase del  $\text{CO}_2$  de gas a líquido (figura 13). Consistió en elevar la presión de la cámara hasta 4000 KPa,

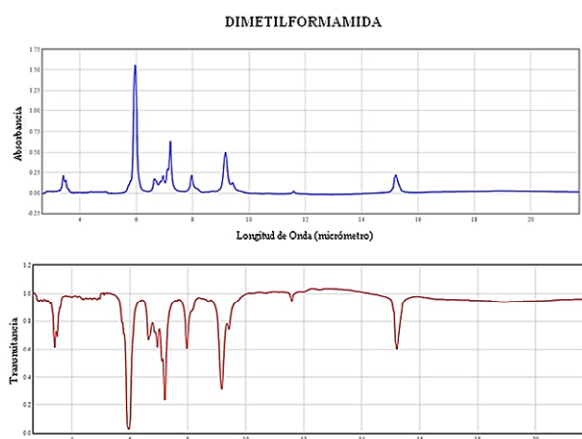
disminuyendo la temperatura a  $-40\text{ }^\circ\text{C}$  en un baño compuesto de alcohol y hielo seco para después generar un calentamiento lento. La prueba se dividió en dos etapas, con periodos de tiempo de dos horas y media para la primera etapa, y cinco horas para la segunda. En la primera se hizo un enfriamiento, disminuyendo lentamente la temperatura de la cámara hasta alcanzar una temperatura ambiente de  $23\text{ }^\circ\text{C}$  hasta  $-40\text{ }^\circ\text{C}$ , obteniendo tres puntos termodinámicos. En la segunda etapa, se realizó calentamiento lento hasta una temperatura de  $19\text{ }^\circ\text{C}$  a una presión de 5600 KPa para conseguir un cuarto estado termodinámico (4 punto).

La figura 14 presenta en detalle la primera etapa de enfriamiento y sus tres estados termodinámicos, donde se observa que en el primer estado se inicia a temperatura ambiente y presión de 4000 KPa, disminuyendo progresivamente la temperatura,



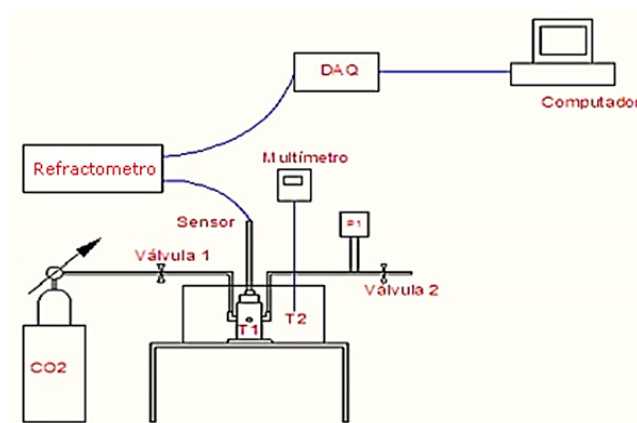
**Figura 11.** Paso de luz blanca a través del dimetilformamida (DMF)

**Fuente:** elaboración propia.



**Figura 12.** Espectros de la absorbancia y transmitancia del dimetilformamida (DMF)

**Fuente:** elaboración propia.



**Figura 13.** Montaje del banco experimental para las pruebas realizadas

**Fuente:** elaboración propia.

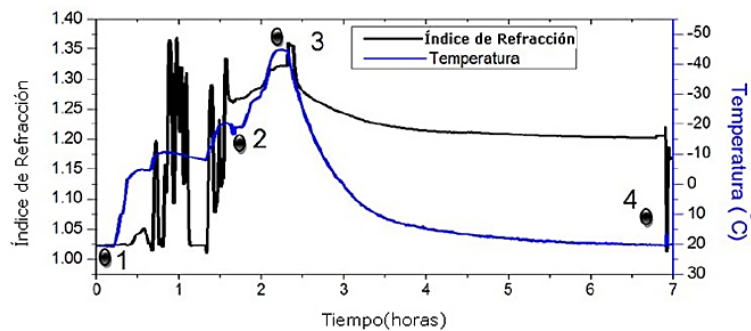
hasta entrar en la zona de transición (línea de saturación líquido gaseoso) donde ocurre una fuerte variación en el índice de refracción. Para salir de la zona de fluctuaciones y pasar para la fase líquida, la presión es elevada para permitir el paso del flujo de  $\text{CO}_2$  para la cámara de presión. El punto dos y tres se encuentra en la fase líquida con una presión constante de 5600 KPa.

En la segunda etapa se calentó lentamente el  $\text{CO}_2$  (cambió de calor con el medio) a presión de 5600 KPa por un periodo de cinco horas; la figura 15(a) representa los cambios de fase en esta etapa. Los puntos 3 y 4 se encontraban en la fase líquida. Para el punto 3 la temperatura de la cámara fue baja, a medida que aumentaba el índice de refracción disminuía de forma lenta; para el punto 4 la cámara se despresurizó, por lo que hubo un cambio de fase

líquida a gaseosa. La figura 15(b) muestra la trayectoria de los cuatro ciclos termodinámicos obtenidos a través de los ensayos en el diagrama de fase del  $\text{CO}_2$ , donde los puntos 2, 3 y 4 se encontraban en la fase líquida y el punto 1 en la fase gaseosa.

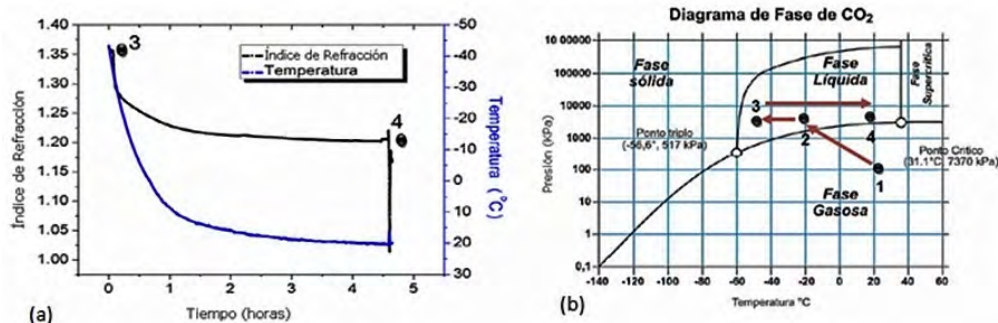
Después de realizar un ensayo preliminar se seleccionaron las condiciones iniciales para la toma de los resultados, estas condiciones fueron:

1. Se inició con una temperatura de  $T_1 = 289 \text{ K}$  y presión de  $P_1 = 100 \text{ kPa}$ .
2. Se enfrió hasta la temperatura de  $T_2 = 235 \text{ K}$  y presión de  $P_2 = 100 \text{ kPa}$ .
3. La temperatura  $T_3 = 235 \text{ K}$  se mantuvo constante hasta alcanzar una presión de  $P_3 = 5600 \text{ kPa}$ , que era la presión del cilindro de  $\text{CO}_2$ .



**Figura 14.** Variación de la temperatura e índice de refracción vs. tiempo identificando los estados termodinámicos

**Fuente:** elaboración propia.



**Figura 15.** (a) Variación del índice de refracción; (b) ubicación de los cuatro ciclos termodinámicos en el diagrama de fase del  $\text{CO}_2$

**Fuente:** elaboración propia.

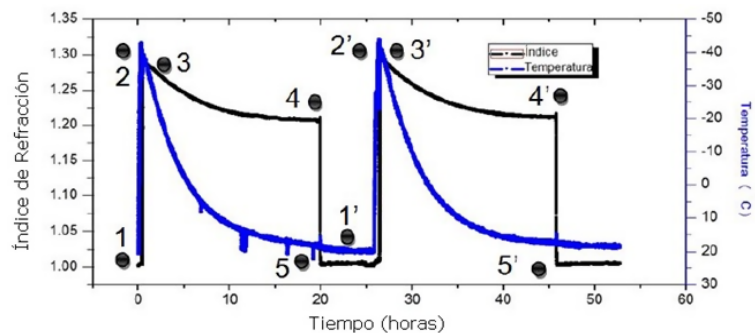
4. La cámara se calentó hasta una temperatura de  $T_4 = 291$  K y presión de  $P_4 = 5500$  kPa.
5. Se despresurizó la cámara a temperatura de  $T_1 = 291$  K y se alcanzó una presión de  $P_1 = 100$  kPa.

Las condiciones seleccionadas se pueden observar en la figura 16, donde se muestra el comportamiento del índice de refracción cuando la temperatura de la cámara aumenta lentamente a lo largo del tiempo, la temperatura ambiente y posteriormente la despresurización, cada ciclo está compuesto de cinco estados termodinámicos y cada uno de ellos es determinado por temperatura

y presión específicos. También mostró estabilidad y repetitividad para los ciclos en un periodo de tiempo de 52 horas.

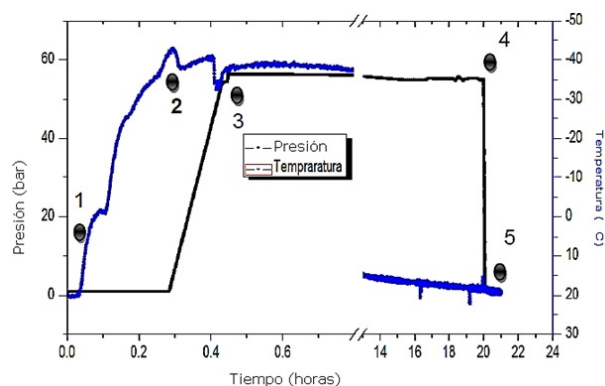
La figura 17 muestra el comportamiento de la presión y temperatura al inicio de los ensayos: en el punto 1, la temperatura es  $18^\circ\text{C}$  y presión de  $100$  KPa; en el punto 2, se disminuye la temperatura a  $-40^\circ\text{C}$  y aumenta la presión a  $5600$  KPa. Es posible observar que aumentando la presión existe un aumento en la temperatura que después se estabiliza.

Para analizar la trayectoria de los estados termodinámicos fueron trazados en el diagrama de fase del  $\text{CO}_2$ , para un intervalo de tiempo de 21



**Figura 16.** Estabilidad de la detección del cambio de fase del  $\text{CO}_2$  variando la temperatura a lo largo del tiempo y monitoreando el índice de refracción

**Fuente:** elaboración propia.



**Figura 17.** Estados termodinámicos variando presión y temperatura

**Fuente:** elaboración propia.

horas de ensayo, donde los puntos 1, 2 y 5 se encuentran en la fase gaseosa y el punto 3 y 4 en la fase líquida, demostrando que el uso de fibra óptica microestructurada para el monitoreamiento de cambio de fase de sustancias en condiciones de temperaturas bajas y presiones en el rango de 0 a 56 bar alcanza una buena exactitud, observado en la figura 18(a) y (b).

Los resultados experimentales del índice de refracción son evaluados mediante comparación con los resultados teóricos obtenidos a través de la ecuación de Lorentz-Lorenz (ecuaciones 3 y 4), donde A es el valor aproximado que es relacionado

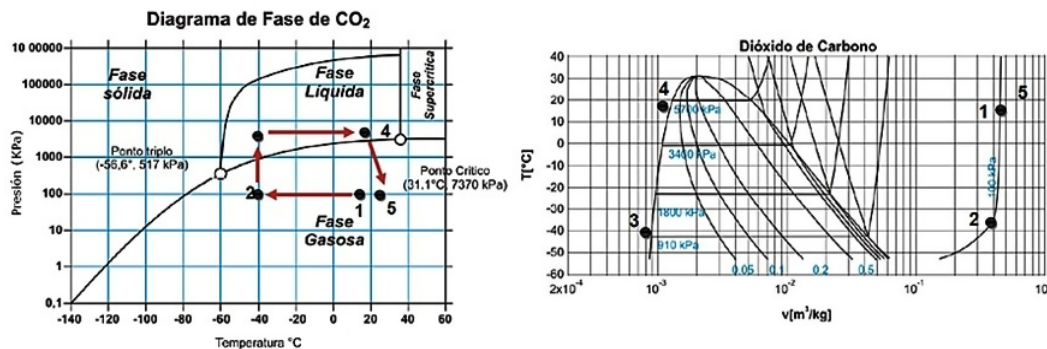
con la polaridad de la sustancia y  $\rho$  es la viscosidad de la sustancia.

$$A\rho = \frac{(n^2 - 1)}{(n^2 + 2)} \quad (3)$$

Donde

$$n = \sqrt{\frac{2A\rho + 1}{1 - A\rho}} \quad (4)$$

Para  $A_{CO_2} = 1.423 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3/\text{kg}$  los valores de la densidad para cada estado son presentados en la tabla 2, estos son obtenidos a través del diagrama T-v para un volumen específico dado.



**Figura 18.** (a) Ciclos termodinámicos en el diagrama de fase del CO<sub>2</sub>; (b) cambios de fase del CO<sub>2</sub>

**Fuente:** elaboración propia.

**Tabla 2.** Resultados obtenidos con la ecuación de Lorentz-Lorenz y los obtenidos experimentalmente

Estado termodinámico	$A_{CO_2}$	Densidad (kg/m <sup>3</sup> )	Índice de refracción teórico	Índice de refracción experimental	Error (%)
Punto 1	1,423E-04	1842	1,0004	1,002	0,00160
Punto 2	1,423E-04	2298	1,0005	1,005	0,00448
Punto 3	1,423E-04	1130	1,2542	1,293	0,03001
Punto 4	1,423E-04	796,82	1,1759	1,204	0,02334
Punto 5	1,423E-04	1829	1,0004	1,003	0,00259

**Fuente:** elaboración propia.

## CONCLUSIONES

Se pudo comparar la repetitividad en los ensayos realizados, en los que se identificaron los cinco estados termodinámicos presentes. Fue posible transmitir o guiar la luz blanca a través de un

fluido en diferentes fases, demostrando un cambio en el índice de refracción cada vez que había alteración en este, ya que el dimetilformamida tiene un índice de refracción mayor que el de sílice, posibilitando el paso de luz para la detección del CO<sub>2</sub>.

El empleo de la fibra óptica para la construcción de sensores ha presentado gran desarrollo en la industria, tanto que ha quedado demostrado que es posible interactuar un fluido dentro de una fibra para guiar luz. Una de las pocas limitaciones en cuanto a la estabilidad del sensor óptico es la fotodescomposición de los disolventes inmovilizados debido al guiado continuo de luz visible, ya que existe una radiación de la misma sobre el fluido.

## FINANCIAMIENTO

El proyecto fue realizado en conjunto con el Laboratorio de Sensores a Fibra Óptica (LSFO).

## AGRADECIMIENTOS

Los autores del proyecto agradecen al Laboratorio de Sensores a Fibra Óptica (LSFO) de la Pontificia Universidade Católica do Rio, por el apoyo al desarrollo del sensor. Al PhD Robert Angulo, por la contribución en el análisis de los resultados experimentales obtenidos.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Cordeiro, C.M.; Matos, J.; Dos Santos, E.M. y Bozolan, A. (12 de septiembre de 2007). Towards practical liquid and gas sensing with photonic crystal fibres: side access to the fibre microstructure and single-mode liquid-core fibre. *Measurement Science and Technology*, 11207-11212.
- Fini, J. y Bise, R. (25 de agosto de 2004). Progress in Fabrication and Modeling of Microstructured Optical Fibers. *Japanese Journal of Applied Physics*, 43(8B), 5717-5730.
- Fini, J. y Bise, R. (24 de agosto de 2004). Progress in Fabrication and Modeling of Microstructured Optical Fibers. *Japanese Journal of Applied Physics*, 5717-5730.
- Holloway, S.; Pearce, J.M.; Hards, V.L.; Ohsumi, T. y Gale, J. (7 de julio de 2007). Natural emissions of CO<sub>2</sub> from the geosphere and their bearing on the geological storage of carbon dioxide. *Energy*, 1194-1201.
- Jin, W. (5 de septiembre de 2009). Novel sensors based on hollow-core photonic bandgap fibers. *SPIE-The International Society for Optical Engineering*, 1-6.
- Knight, J.C. (14 de agosto de 2003). Photonic crystal fibres. *Nature International*, 847-851.
- Kwang, T.K.; Kyu, H.L.; Hwangbo, S. y Kyung, R.S. (14 de febrero de 2006). A refractometer based on fiber-to-liquid planar waveguide coupler. *Sensors and Actuators A: Physical*, 335-339.
- Lemus B., C.; Estupiñán C., E. y Guillen P., E. (2013). Evaluación del rendimiento de redes ópticas para aplicaciones de telemedicina en ambientes simulados. *Revista Tecnura*, 21-40.
- Mizaikoff, B.; Taga, K. y Kellner, R. (23 de junio de 1995). Infrared fiber optic gas sensor for chlorofluorohydrocarbons. *Vibrational Spectroscopy*, 103-108.
- Monro, T.M.; Belardi, W.; Furusawa, K.; Baggett, J.C.; Broderick, N.G. y Richardson, D.J. (abril 3 de 2001). Sensing with microstructured optical fibres. *Measurement Science and Technology*, 854-858.
- Monro, T.M.; Richardson, D.J. y Bennett, P.J. (8 de julio de 1999). Developing holey fibres for evanescent field devices. *Electronics Letters*, 1188-1189.
- Moura dos Santos, E. (2007). *Fluid insertion related processes for sensing using photonic crystal fibers*. Sao Paulo: Unicamp.
- Quirino, S.F.; Toledo, A.O. y Lisboa, O. (2011). *Espalhamento Brillouin e Crosstalk em Sensor Distribuído Intrínseco a Fibra Ótica*. Sao Paulo.
- Sepaniak, M.J.; Vo-Dinh, T.; Wilson, G.S.; Albery, W.; Albery, W.J. y De Galan, L. (15 de octubre de 1990). Fibre-Optic-Based Fluoroimmunosensors. *Philosophical Transactions: Physical Sciences and Engineering*, 85-92.
- Suzuki, Y.; Takeuchi, A.; Takenaka, H. y Okada, I. (2010). Fabrication and Performance Test of Fresnel Zone Plate with 35 nm Outermost Zone Width in Hard X-Ray Region. *X-Ray Optics and Instrumentation*, 132-137.
- Suzuki, Y.; Takeuchi, A.; Takano, H.; Ohigashi, T. y Takenaka, H. (13 de diciembre de 2001).



Diffraction-limited microbeam with Fresnel zone plate optics in hard x-ray regions. En: *X-Ray Micro- and Nano-Focusing: Applications and Techniques II* (pp. 74-82).

Wen B., L.; Jaffrezic R., N.; Jean M., C. y Lacroix, M. (abril 15 de 2001). Optical fiber as a whole surface

probe for chemical and biological applications. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 207-211.

Yuan, J. y El-Sherif, M. (22 de febrero de 2003). Fiber-optic chemical sensor using polyaniline as modified cladding material. *IEEE Sensors Journal*, 5-12.

